

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-316686

(43)Date of publication of application : 16.11.2001

(51)Int.Cl.

C10M103/02  
C10M103/04  
C10M135/04  
C10M135/06  
C10M135/18  
C10M135/20  
C10M137/10  
C23C 14/06  
C23C 16/27  
F01L 1/14  
F01L 1/20  
F16C 33/12  
F16C 33/24  
// C10N 10:04  
C10N 10:06  
C10N 10:08  
C10N 10:10  
C10N 10:12  
C10N 10:14  
C10N 10:16  
C10N 30:06  
C10N 40:02  
C10N 40:04  
C10N 40:25

(21)Application number : 2000-131750

(71)Applicant : MIYAKE SHOJIRO  
NISSAN MOTOR CO LTD

(22)Date of filing : 28.04.2000

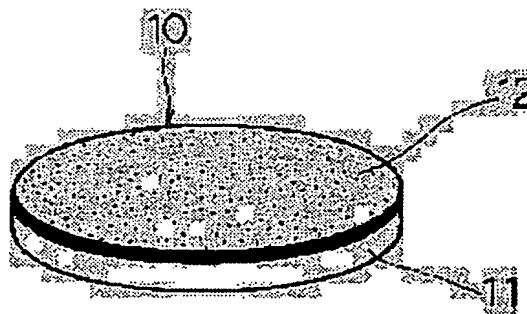
(72)Inventor : MIYAKE SHOJIRO  
YASUDA YOSHITERU  
MABUCHI YUTAKA

## (54) SLIDING MEMBER WITH HARD CARBON FILM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a sliding member with a hard carbon film excellent in low friction and low abrasion in a lubricating oil.

SOLUTION: This sliding member with a hard carbon film used in a lubricating oil is prepared by forming a hard carbon film 12 on a backing 11, wherein at least the surface layer of the film 12 contains 5-70 atm.% of at least one metal element selected from the group consisting of group IIb, III, IV, Va, VIa, VIIa and VIII elements in the periodic table.



BEST AVAILABLE COPY

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-316686

(P 2 0 0 1 - 3 1 6 6 8 6 A)

(43) 公開日 平成13年11月16日 (2001.11.16)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マ-コ-ド (参考)
C10M103/02		C10M103/02	Z 3G016
103/04		103/04	3J011
135/04		135/04	4H104
135/06		135/06	4K029
135/18		135/18	4K030
審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 9 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願2000-131750 (P 2000-131750)

(22) 出願日 平成12年4月28日 (2000.4.28)

(71) 出願人 593178650

三宅 正二郎

東京都羽村市五ノ神3-1-38

(71) 出願人 000003997

日産自動車株式会社

神奈川県横浜市神奈川区宝町2番地

(72) 発明者 三宅 正二郎

東京都羽村市五ノ神3-1-38

(72) 発明者 保田 芳輝

神奈川県横浜市神奈川区宝町2番地 日産  
自動車株式会社内

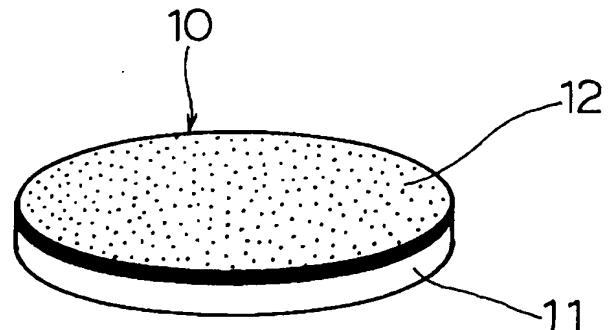
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 硬質炭素皮膜摺動部材

(57) 【要約】

【課題】 潤滑油中での低摩擦性能と耐摩耗性に優れた硬質炭素皮膜摺動部材を提供する。

【解決手段】 基材11の上に硬質炭素皮膜12を形成しかつ潤滑油中で使用される硬質炭素皮膜摺動部材において、少なくとも表面層に元素周期律表の第IIb, III, IV, Va, VIa, VIIaおよびVIII族のうちから選ばれる少なくとも1種の金属元素を5~70at%含むものとした硬質炭素皮膜摺動部材。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 潤滑油中で使用される硬質炭素皮膜摺動部材において、少なくとも表面層に元素周期律表の第ⅠⅠb、ⅠⅠⅠ、ⅠⅤ、Ⅴa、ⅤⅠa、ⅤⅠⅠaおよびⅤⅠⅠⅠ族のうちから選ばれる少なくとも1種の金属元素を5～70at%含むことを特徴とする硬質炭素皮膜摺動部材。

【請求項2】 金属元素の含有量が25～60at%の範囲であることを特徴とする請求項1に記載の硬質炭素皮膜摺動部材。

【請求項3】 金属元素がモリブデン(Mo)、タングステン(W)、ニオブ(Nb)、チタン(Ti)および鉄(Fe)のうちから選ばれることを特徴とする請求項1または2に記載の硬質炭素皮膜摺動部材。

【請求項4】 硬質炭素皮膜摺動部材を構成する硬質炭素皮膜がスパッタリング、プラズマCVDあるいはイオンブレーティングにより作製されたダイヤモンドライクカーボン膜(アモルファスカーボン膜)であることを特徴とする請求項1ないし3のいずれかに記載の硬質炭素皮膜摺動部材。

【請求項5】 硬質炭素皮膜の厚さが0.5μm以上10μm以下であり、表面粗さがRa0.1μm以下でかつ表面硬度がHv1000以上であることを特徴とする請求項4に記載の硬質炭素皮膜摺動部材。

【請求項6】 金属元素の含有量が25～60at%であり、硬質炭素皮膜の厚さが0.5μm以上10μm以下であり、表面粗さがRa0.1μm以下でかつ表面硬度がHv1000以上であり、金属元素がモリブデン

(Mo)であって硬質炭素皮膜摺動部材を構成する硬質炭素皮膜がイオンブレーティングにより作製されたダイヤモンドライクカーボン膜(アモルファスカーボン膜)であることを特徴とする請求項1に記載の硬質炭素皮膜摺動部材。

【請求項7】 内燃機関の動弁機構のアジャスティングシムあるいはバルブリフターに用いられることを特徴とする請求項1ないし6のいずれかに記載の硬質炭素皮膜摺動部材。

【請求項8】 鉱油および合成油を基油とし、モリブデンジチオカーバメートをモリブデン量として50～1000ppm、ジチオリン酸亜鉛をリン量として0.01～0.2wt%含む潤滑油中で使用されることを特徴とする請求項1ないし7のいずれかに記載の硬質炭素皮膜摺動部材。

【請求項9】 鉱油および合成油を基油とし、硫化油脂、ポリサルファイド、硫化オレフィンなどのいおう

(S)系添加剤を含み、そのいおう(S)成分の含有量が0.2wt%以上である潤滑油中で使用されることを特徴とする請求項1ないし7のいずれかに記載の硬質炭素皮膜摺動部材。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、硬質炭素皮膜摺動部材、特に、エンジンオイル、トランスミッションオイル等の潤滑油中で使用される低摩擦な硬質炭素皮膜摺動部材に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】硬質炭素皮膜は、アモルファス状の炭素膜あるいは水素化炭素膜で、a-C:H(アモルファスカーボンまたは水素化アモルファスカーボン)、i-C(アイカーボン)、DLC(ダイヤモンドライクカーボンまたはディーエルシー)とも呼ばれている。

【0003】その形成には、炭化水素ガスをプラズマ分解して成膜するプラズマCVD法や、炭素、炭化水素イオンを用いるイオンビーム蒸着法等の気相合成法や、グラファイト等をアーク放電により蒸発させ成膜するイオンブレーティング法、などが用いられる。

【0004】硬質炭素皮膜は高硬度で、表面が平滑で耐摩擦性に優れ、その固体潤滑性から低摩擦係数で優れた低摩擦性能を有している。そして、通常の平滑な鋼材表面の摩擦係数が無潤滑下で0.5～1.0であるのに対し、硬質炭素膜は無潤滑下での摩擦係数が0.1程度である。

【0005】現在、これらの優れた特性を活かして、ドリル刃をはじめとする切削工具、研削工具等の加工治具や塑性加工用金型、バルブコックやキャブスタンローラのような無潤滑下での摺動部品等への応用が図られている。

【0006】また、潤滑油中で摺動する内燃機関などの機械部品においても、エネルギー消費や環境問題の面からできるだけ機械損失を低減したいという要求が高まっており、特に、摩擦損失の大きい摺動条件の厳しい部位で、これらの固体潤滑性を有する硬質炭素皮膜による低摩擦化が望まれている。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、従来の上記硬質炭素膜を摺動部品にコーティングし、エンジン油やトランスミッション油等の潤滑油中で摺動させた場合、その平滑性からある程度の低摩擦とはなるが、他の固体潤滑性を有していない硬質の皮膜処理をした摺動部材、たとえば窒化チタン(TiN)や窒化クロム(CrN)イオンブレーティング皮膜処理を施した摺動部材と同等の低摩擦性能しか示さないという問題点が明らかになった。すなわち、従来の硬質炭素皮膜処理された摺動部材では、無潤滑下で固体潤滑性があるにもかかわらず、同等の表面粗さの固体潤滑性を有しない皮膜処理摺動部材や超仕上げ加工された鋼製部品と同等の摩擦性能しか示さないという問題が明らかになった。

【0008】たとえば、潤滑油中で3/8インチボール3個を1kgfの荷重で押し付け、0.03m/secの相対速度で滑らせた場合、硬質炭素膜であるダイヤモ

10

20

30

40

50

ンドライクカーボンの摩擦係数は 0. 1 0 ~ 0. 1 2 で、同等の表面粗さで皮膜処理をしない鉄鋼材や、あるいは、窒化クロム ( C r N ) イオンプレーティング処理膜と潤滑油中では同等の摩擦係数である。

【 0 0 0 9 】 一般に、エンジンオイルやトランスミッションオイル等には耐摩耗性向上や摩擦特性向上を目的として種々の極圧添加剤が添加されており、これらの添加剤は金属、主に鉄鋼製摺動部材の表面に吸着あるいは摺動によって摺動部位表面に添加剤の反応生成物を生成することによって、摩擦を低下させたり、金属同士の接触を抑制し耐摩耗性を向上する効果を狙って添加してある。

【 0 0 1 0 】 ところが、このような添加剤を含む潤滑油中にあってはプラズマ C V D 法等により処理された従来の硬質炭素皮膜摺動部材では、表面が安定で、皮膜を施さない金属表面に比べてオイル添加剤の吸着や添加剤反応膜形成が生じにくく、添加剤の持つ性能を十分に引き出せないことが判った。

【 0 0 1 1 】

【発明の目的】 本発明は、これらの問題点に着目してなされたものであり、炭素皮膜中の特定の金属含有量が 5 ~ 7 0 a t % である硬質炭素皮膜を処理した摺動部材とすることで、潤滑油中でもその固体潤滑性が有効に働き、低摩擦で耐摩耗性に優れた摺動部材を提供することを目的としている。

【 0 0 1 2 】

【問題を解決するための手段】 上記目的を達成するため鋭意研究した結果、硬質炭素皮膜における特定の金属元素含有量が 5 ~ 7 0 a t % 含む構成としたことにより、潤滑油中での低摩擦性能を実現可能とした。

【 0 0 1 3 】 この潤滑油中での硬質炭素皮膜の摩擦特性については報告がほとんど無く、不明な点が多かった訳であるが、本発明では硬質炭素皮膜に含まれる特定金属元素濃度の潤滑油中での摩擦特性に及ぼす影響について明らかにし、潤滑油中で低摩擦が実現できる硬質炭素皮膜の特定金属元素濃度を規定したものである。

【 0 0 1 4 】 すなわち、本発明に係る硬質炭素皮膜摺動部材は、請求項 1 に記載しているように、潤滑油中で使用される硬質炭素皮膜摺動部材において、少なくとも表面層に元素周期律表の第 I I b, I I I, I V, V a, V I a, V I I a および V I I I 族のうちから選ばれる少なくとも 1 種の金属元素を 5 ~ 7 0 a t % 含むものとしたことを特徴としている。

【 0 0 1 5 】 そして、本発明に係る硬質炭素皮膜摺動部材においては、請求項 2 に記載しているように、金属元素の含有量が 2 5 ~ 6 0 a t % の範囲であるものとすることができる。

【 0 0 1 6 】 また、請求項 3 に記載のように、前記金属元素がモリブデン ( M o ) , タングステン ( W ) , ニオブ ( N b ) , チタン ( T i ) および鉄 ( F e ) のうちか

ら選ばれるものとすることができ、請求項 4 に記載のように、硬質炭素皮膜摺動部材を構成する硬質炭素皮膜がスパッタリング、プラズマ C V D あるいはイオンプレーティングにより作製されたダイヤモンドライクカーボン膜 ( アモルファスカーボン膜 ) であるものとするができる。

【 0 0 1 7 】 さらにまた、請求項 5 に記載のように、硬質炭素皮膜の厚さが 0. 5  $\mu$  m 以上 1 0  $\mu$  m 以下であり、表面粗さが R a 0. 1  $\mu$  m 以下でかつ表面硬度が H v 1 0 0 0 以上であるものとするができる。

【 0 0 1 8 】 さらにまた、請求項 6 に記載のように、金属元素の含有量が 2 5 ~ 6 0 a t % であり、硬質炭素皮膜の厚さが 0. 5  $\mu$  m 以上 1 0  $\mu$  m 以下であり、表面粗さが R a 0. 1  $\mu$  m 以下でかつ表面硬度が H v 1 0 0 0 以上であり、金属元素がモリブデン ( M o ) であって硬質炭素皮膜摺動部材を構成する硬質炭素皮膜がイオンプレーティングにより作製されたダイヤモンドライクカーボン膜 ( アモルファスカーボン膜 ) であるものとすることができる。

【 0 0 1 9 】 本発明による硬質炭素皮膜摺動部材は、請求項 7 に記載のように、内燃機関の動弁機構のアジャスティングシムあるいはバルブリフターに用いられるものとするができる。

【 0 0 2 0 】 さらにまた、本発明による硬質炭素皮膜摺動部材は、請求項 8 に記載のように、鉱油および合成油を基油とし、モリブデンジチオカーバメートをモリブデン量として 5 0 ~ 1 0 0 0 p p m, ジチオリン酸亜鉛をリン量として 0. 0 1 ~ 0. 2 w t % 含む潤滑油中で使用されるものとしたり、請求項 9 に記載のように、鉱油および合成油を基油とし、硫化油脂、ポリサルファイド、硫化オレフィンなどのいおう ( S ) 系添加剤を含み、そのいおう ( S ) 成分の含有量が 0. 2 w t % 以上である潤滑油中で使用されるものとしたりすることができる。

【 0 0 2 1 】

【発明の作用】 本発明に係る硬質炭素皮膜摺動部材は、上記の構成としたことにより、極圧添加剤が表面に吸着しやすくかつ反応生成物を表面に形成しやすくなり、潤滑油中で低摩擦な硬質炭素皮膜摺動部材とすることが可能になる。たとえば、省燃費を目的としてエンジンオイルなどに使用されるような鉱油および合成油を基油とし、モリブデンジチオカーバメートをモリブデン量として 5 0 ~ 1 0 0 0 p p m, ジチオリン酸亜鉛をリン量として 0. 0 1 ~ 0. 2 w t % を含む潤滑油中においては、従来の硬質炭素皮膜表面には潤滑油中に極圧添加剤として添加されているモリブデンジチオカーバメートおよびジチオリン酸亜鉛の添加剤皮膜が形成されず、従来の炭素皮膜を形成しない鋼製の摺動部材よりも摩擦係数が高くなっていたが、特定の金属、すなわち、元素周期律表の第 I I b, I I I, I V, V a, V I a, V I I

aおよびV I I I族のうちから選ばれる少なくとも1種の金属元素を5~70at%炭素皮膜に含有させることで潤滑油添加剤の皮膜が表面に形成され、低い摩擦係数が得られることとなる。

【0022】そして、硬質炭素皮膜表面の特定金属含有濃度が5at%未満であると、その低摩擦効果が得られず、70at%超過となると高面圧下での耐摩耗性が不足するようになるため、70at%を上限とした。

【0023】さらに好ましくは、特定金属元素含有量を25~60at%の範囲とすることが耐摩耗性、平滑性を損なうことなく、潤滑油中での低摩擦特性が得られることとなる。また、炭素皮膜に添加する金属元素は、元素周期律表第I I b, I I I, I V, V a, V I a, V I I aおよびV I I I族のうち、添加剤の反応皮膜形成を考慮した場合に、モリブデン(Mo)、タングステン(W)、ニオブ(Nb)、チタン(Ti)および鉄(Fe)のうちから選ばれるものとするのが好ましい。

【0024】炭素皮膜の表面粗さについては、低摩擦特性と相手攻撃性を考慮して、Ra0.1μm以下とすることが好ましく、表面硬度は耐摩耗性が確保できるHv1000以上とすることが好ましい。また、表面皮膜の膜厚については、0.5μm未満であると密着強度が不足する傾向となり、10μm超過となると膜内の残留応力が大きくなり、自然に剥離してしまう可能性があるため、膜厚は0.5~10μmの範囲とすることが好ましい。

【0025】

【発明の効果】本発明による硬質炭素皮膜摺動部材によれば、潤滑油中で使用される硬質炭素皮膜摺動部材において、少なくとも表面層に元素周期律表の第I I b, I I I, I V, V a, V I a, V I I aおよびV I I I族のうちから選ばれる少なくとも1種の金属元素を5~70at%含むものとしたから、極圧添加剤が裏面に吸着しやすかつ反応生成物を表面に形成しやすくなり、潤滑油中で低摩擦な硬質炭素皮膜摺動部材とすることが可能になるという著しく優れた効果がもたらされる。

【0026】そして、請求項2に記載しているように、金属元素の含有量が25~60at%の範囲であるものとすることによって、耐摩耗性、平滑性を損なうことなく、潤滑油中での低摩擦特性を得ることが可能になるという著しく優れた効果がもたらされる。

【0027】そしてまた、請求項3に記載しているように、前記金属元素がモリブデン(Mo)、タングステン(W)、ニオブ(Nb)、チタン(Ti)および鉄(Fe)のうちから選ばれるものとすることによって、添加剤の反応皮膜形成を考慮した場合に有効なものになることがあるという著しく優れた効果がもたらされる。

【0028】さらにまた、請求項4に記載しているように、硬質炭素皮膜摺動部材を構成する硬質炭素皮膜がスパッタリング、プラズマCVDあるいはイオンブレーテ

ィングにより作製されたダイヤモンドライクカーボン膜(アモルファスカーボン膜)であるものとすることによって、高硬度で、表面が平滑で、耐摩耗性に優れ、それ自体のもつ固体潤滑性能により低摩擦係数で優れた低摩擦性能を有する硬質炭素皮膜とすることが可能であるという著しく優れた効果がもたらされる。

【0029】さらにまた、請求項5に記載のように、硬質炭素皮膜の厚さが0.5μm以上10μm以下であるものとすることによって、膜厚が小さいことによる密着強度の低下を防ぐと共に膜厚が大きいことによる膜内の残留応力の増大を防ぐことが可能となり、また、表面粗さがRa0.1μm以下でかつ表面硬度がHv1000以上であるものとするによって、表面粗さが大きいことによる低摩擦特性の劣化と相手攻撃性の増大を防ぐことが可能となり、表面硬度をHv1000以上とすることで良好な耐摩耗性が確保できるようになるという著しく優れた効果がもたらされる。

【0030】さらにまた、請求項6に記載のように、金属元素の含有量が25~60at%であり、硬質炭素皮膜の厚さが0.5μm以上10μm以下であり、表面粗さがRa0.1μm以下でかつ表面硬度がHv1000以上であり、金属元素がモリブデン(Mo)であって硬質炭素皮膜摺動部材を構成する硬質炭素皮膜がイオンブレーティングにより作製されたダイヤモンドライクカーボン膜(アモルファスカーボン膜)であるものとするによって、潤滑剤中で低摩擦であって摺動特性により一層優れた摺動部材を提供することが可能であるという著大なる効果がもたらされる。

【0031】さらにまた、請求項7に記載のように、内燃機関の動弁機構のアジャスティングシムあるいはバルブリフターに用いることによって、内燃機関の動弁特性をより一層良好なものにすることが可能になるという著しく優れた効果がもたらされる。

【0032】さらにまた、請求項8に記載のように、鉱油および合成油を基油とし、モリブデンジチオカーバメートをモリブデン量として50~1000ppm、ジチオリン酸亜鉛をリン量として0.01~0.2wt%含む潤滑油中で使用されるようになすことによって、潤滑油添加剤の皮膜が表面に形成され、低い摩擦係数を得ることが可能になるという著しく優れた効果がもたらされる。

【0033】さらにまた、請求項9に記載のように、鉱油および合成油を基油とし、硫化油脂、ポリサルファイド、硫化オレフィンなどのいおう(S)系添加剤を含み、そのいおう(S)成分の含有量が0.2wt%以上である潤滑油中で使用されるようになすことによって、潤滑油中での十分良好な低摩擦性能を実現することが可能になるという著しく優れた効果がもたらされる。

【0034】

【実施例】以下、本発明を実施例により詳細に説明する

が、本発明は以下に示す実施例に限定されないことはいうまでもない。

【0035】（実施例1～7）図1に示すような直径30mm、厚み4mmの円板基材11の上に硬質炭素皮膜12をコーティングした試験片10により、摩擦試験を行った。このときの試験片10は表1に示すような仕様で円板基材11の上に硬質炭素皮膜12を作製したものとした。

【0036】実施例1は浸炭鋼（JIS SCM415）よりなる基材11の表面をRa0.04μmの超仕上げ加工した後、炭化水素ガスを用いたプラズマCVD法により硬質炭素皮膜をコーティングしながら、Moをターゲット材料としたスパッタリング法を同一の真空容器内で行い炭素皮膜表面のMo濃度が27at%となるようにMo元素を炭素皮膜中に添加した。成膜後仕上げ加工無しで皮膜表面はRa0.09μmであった。

【0037】実施例2は基材11の表面をRa0.04μmに超仕上げ加工した後、プラズマCVD装置で炭化水素ガスを用いてダイヤモンドライクカーボン（DLC）皮膜12を基材11の上に成膜した後さらにWをターゲット材料としたスパッタリング法によりWをコーティングし、これを交互に繰り返して積層膜とすることで硬質炭素皮膜表面のW濃度が48at%となるようにW元素を炭素皮膜中に添加した。

【0038】実施例3～6は実施例1のMoターゲット材料の変わりに、それぞれの添加金属のFe、Ti、Cr、Wをターゲット材料として使用し、実施例1と同様の方法で炭素皮膜表面の添加金属濃度が表1の値となるように金属元素を炭素皮膜中に添加した。それぞれの硬質炭素皮膜の濃度は、実施例3でFe30at%、実施例4でTi25at%、実施例5でCr30at%、実施例6でW10at%であった。成膜後仕上げ加工無しでそれぞれの皮膜表面粗さはRa0.07～0.08μmであった。

【0039】実施例7は浸炭鋼（JIS SCM415）よりなる基材11の表面をRa0.04μmの超仕上げ加工した後、蒸発源としてグラファイトとモリブデン（Mo）を用いたイオンプレーティング法により硬質炭素皮膜をコーティングしながら、Moのコーティングを同一の真空容器内で行い炭素皮膜表面のMo濃度が40at%となるようにMo元素を炭素皮膜中に添加した。成膜後仕上げ加工無しでそれぞれの皮膜表面粗さはRa0.09μmであった。

【0040】（比較例1～5）表1に示すような比較例の摺動部材を製作したうち、比較例1は浸炭鋼（JIS SCM415）よりなる基材11の表面をRa0.24μmに研削加工した摺動部材、比較例2は比較例1の摺動部材に更にイオンプレーティング法により2.0μ

mの膜厚を有する硬度Hv1500の窒化チタン（TiN）皮膜のコーティングを施した摺動部材、比較例3は浸炭鋼（JIS SCM415）よりなる基材11の表面をRa0.04μmの超仕上げ加工した後、プラズマCVD装置で炭化水素ガスを用いてダイヤモンドライクカーボン（DLC）皮膜12を基材11の上に成膜した摺動部材である。

【0041】さらに、比較例4は実施例6と同様の方法で表面のW濃度が2at%となるようにW元素を硬質炭素皮膜に添加した摺動部材、比較例5は実施例6と同様の方法で表面のW濃度が8at%となるようにW元素を硬質炭素皮膜に添加した摺動部材である。

（摩擦試験例）摩擦試験装置としては図2（a）に示すようなピンオンディスクタイプの摩耗試験機20を用いて摩擦係数を計測した。この装置は回転軸21に回転自在に支持されたワークテーブル22が回転自在に配置され、このワークテーブル22に試験片摺動部材23を設置し、この試験片摺動部材23の上面側に外径φ5mm、長さ5mmのころ軸受用SUJ2ローラをピンとして用いて、ピン24を図2（b）に示すように3個配置し、スプリング25によって荷重P：1.0kgで押し付けるように構成されたものである。このとき、ピン24はホルダー24Hに回転できないようにそれぞれ固定されている。そして、回転軸21がモータ26に連結されてボールピン24に対して相対滑り速度0.01～1.0m/secで回転駆動され、ピン24と試験片摺動部材23との間で発生する摩擦力に応じたトルクをロードセル27で計測し、摩擦係数を算出するものとしていた。また、試験片摺動部材23が潤滑油28L中に浸漬されるように、油浴槽28が設置され、図示しない油温コントロールユニットにより油温が80℃となるように設定されているものとした。

【0042】表1に各実施例および比較例の摺動部材を摩擦試験機20の試験片摺動部材23として配置し、潤滑油中で摩擦係数を測定した結果を示す。

【0043】試験条件は、3個のピン24への負荷荷重15kgf（面圧0.23GPa）、滑り速度0.03～1.0m/sec（30～1000rpm）で行った。潤滑油は、通常のエンジンオイル、鉱油を基油としモリブデンジチオカーバメートをモリブデン量として500ppm、ジチオリン酸亜鉛をリン量として0.12wt%を含む摩擦低減を目的としたエンジンオイル、および鉱油を基油とし、ポリサルファイド、硫化オレフィンのいおう（S）系添加剤を含み、潤滑油中のいおう（S）含有量が0.5wt%であるS系添加剤潤滑油を使用した。

【0044】

【表1】

区分	基材	皮膜処理	成膜法	金属および その添加量 (at%)	膜厚 ( $\mu\text{m}$ )	硬度 (Hv)	表面粗さRa ( $\mu\text{m}$ )	摩擦係数 $\mu$ (0.5m/sec)		
								エンジンオイル	ジチオカーバメート 添加剤含有油	いおう系 添加剤含有油
実施例1	浸炭鋼	硬質炭素皮膜(DLC)	プラズマCVD 法	Mo 27at%	1.0	1300	0.05	0.081	0.058	—
実施例2	浸炭鋼	硬質炭素皮膜(DLC)	プラズマCVD 法	W 48at%	1.0	1150	0.09	0.079	0.039	0.078
実施例3	浸炭鋼	硬質炭素皮膜(DLC)	プラズマCVD 法	Fe 30at%	1.0	1300	0.07	0.095	0.043	0.081
実施例4	浸炭鋼	硬質炭素皮膜(DLC)	プラズマCVD 法	Ti 25at%	1.0	1200	0.07	0.091	0.055	—
実施例5	浸炭鋼	硬質炭素皮膜(DLC)	プラズマCVD 法	Cr 35at%	1.0	1300	0.08	0.095	0.061	0.085
実施例6	浸炭鋼	硬質炭素皮膜(DLC)	プラズマCVD 法	W 10at%	1.0	1400	0.08	0.090	0.060	0.087
実施例7	浸炭鋼	硬質炭素皮膜(DLC)	イオンプレーティング法	Mo 40at%	0.5	2300	0.09	0.071	0.038	0.077
比較例1	浸炭鋼	無し	—	—	—	—	0.09	0.106	0.038	—
比較例2	浸炭鋼	窒化チタン(TiN)	イオンプレーティング法	—	—	1500	0.04	0.104	0.096	—
比較例3	浸炭鋼	硬質炭素皮膜(DLC)	プラズマCVD 法	無し	1.0	1800	0.07	0.095	0.062	0.093
比較例4	浸炭鋼	硬質炭素皮膜(DLC)	プラズマCVD 法	W 2at%	1.0	1800	0.07	0.096	0.064	0.093
比較例5	浸炭鋼	硬質炭素皮膜(DLC)	プラズマCVD 法	W 80at%	1.0	850	0.08	剥離	剥離	剥離

【0045】表1および図3、図4、図5に示す通り速度0.5m/s(500rpm)での摩擦係数の計測結果から判るように、特定の金属を添加した実施例1～7の硬質炭素皮膜は通常のエンジンオイル中では比較例1～5のいずれよりも低摩擦であり、添加剤反応皮膜が形成されることによる効果と考えられた。また、鉱油を基油としモリブデンジチオカーバメートをモリブデン量として500ppm、ジチオリン酸亜鉛をリン量として0.12wt%を含むエンジンオイル中の試験では、金属を添加しない比較例3の硬質炭素皮膜をコーティングした摺動部材に比べて、金属を含有した実施例1～7の硬質炭素皮膜摺動部材は低い摩擦係数を示し、実施例2および7の硬質炭素皮膜摺動部材は比較例1の摩擦係数と同等であり、硬質炭素皮膜へ金属を含有させることによって、鋼製摺動部材と同等の表面添加剤皮膜反応が生じるようになったものと考えられた。

【0046】これに対して、金属を含有しない比較例3や金属添加量が5at%未満の硬質炭素皮膜摺動部材や比較例2の摺動部材にあっては、相手材ピンには添加剤皮膜が生成されるものの、自身の表面には皮膜が生成されないため、比較例1や実施例のような摩擦の低減効果は得られないことが判った。

【0047】また、実施例2～7と比較例3、4の比較から、鉱油を基油としポリサルファイド、硫化オレフィンのいおう(S)系添加剤を含み、潤滑油中のいおう(S)含有量が0.5wt%であるS系添加剤潤滑油にあっては同様のことがいえる。

【0048】(実機試験例)実施例2および7の硬質炭素皮膜摺動部材を図6に示すような内燃機関の動弁機構のアジャスティングシム60に用いた場合のカム一つ当たりの摩擦損失トルクを計測した。このとき、トルク計測は図示していないカムシャフト軸52に取り付けられたトルク計で計測した。

【0049】図6に示す内燃機関の動弁機構において、吸気バルブ又は排気バルブ53はバルブガイド54に挿通され、バルブ53の軸端の上方にバルブリフター55が設置されている。また、シリンダヘッド56とバルブリフター55の間にはバルブスプリング57がリテーナ58とコッタ59によりバルブ53に固定され、バルブ53を閉じる方向にスプリング57による荷重を負荷している。さらにまた、バルブリフター55の上面には図に示すようにアジャスティングシム60が嵌合されており、カム51とのクリアランスが0.3mm程度となるようにアジャスティングシム60の厚さにより調整されている。さらに、カムシャフト軸52は図示していないクランクシャフトの駆動によりタイミングベルトを介して駆動される。そして、カムシャフト軸52が駆動することによりカム51が回転し、アジャスティングシム60と摺接し、バルブ53を往復運動させる機構となっている。このときの試験条件は、カム軸回転数300rpm(アイドリング時相当)、スプリングMax荷重50kgf、エンジン油温80℃で、アジャスティングシム60と摺動する相手カム51の表面粗さは超仕上げ加工を施し、Ra0.05 $\mu\text{m}$ に仕上げられているものとしている。

【0050】比較のために、従来使用されている比較例1および硬質炭素皮膜コーティングした比較例3の摺動部材を同様にアジャスティングシム60に用いた場合の損失トルクも同じ条件にて計測した。計測した結果を図5に示す。このとき、エンジンオイルは従来のエンジンオイル5W-30SJおよび5W-30相当粘度のモリブデンジチオカーバメートをモリブデン量として500ppm、ジチオリン酸亜鉛をリン量として0.12wt%を含むエンジンオイルを使用した。

【0051】図7に示す損失トルクの計測結果から判るよう、ピンディスク摩擦試験と同様に、比較例に比べ

11

て実施例のアジャスティングシムは摩擦損失トルクが小さく、低摩擦性能に優れていることが認められた。そして特に、イオンプレーティング法を用いた実施例7はどちらのオイルにおいても低い摩擦トルクとなった。

【図面の簡単な説明】

【図1】円板基材の上に硬質炭素皮膜をコーティングした試験片の斜面説明図である。

【図2】本発明の評価に使用した摩擦試験機の断面説明図である。

【図3】摩擦試験機によるエンジンオイル中での摩擦係数計測結果を示すグラフである。

12

【図4】摩擦試験機によるMoジチオカーバメート添加剤油中での摩擦係数計測結果を示すグラフである。

【図5】摩擦試験機によるいおう添加剤油中での摩擦係数試験結果を示すグラフである。

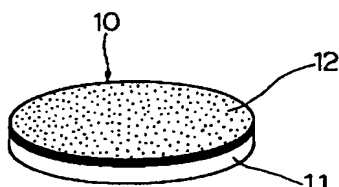
【図6】内燃機関の動弁装置の断面説明図である。

【図7】摩擦損失トルク計測結果を示すグラフである。

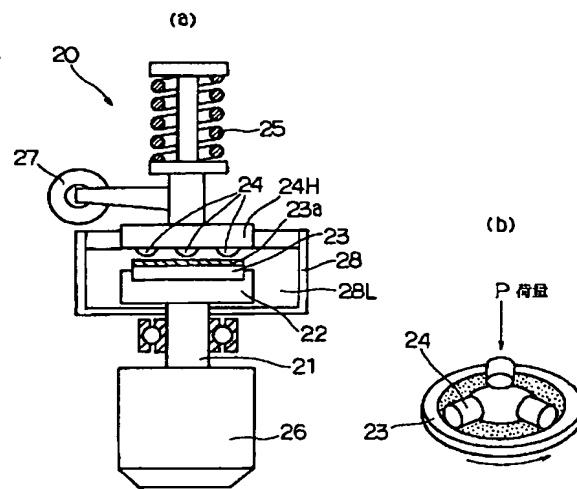
【符号の説明】

- 10 試験片  
11 円板基材  
12 硬質炭素皮膜

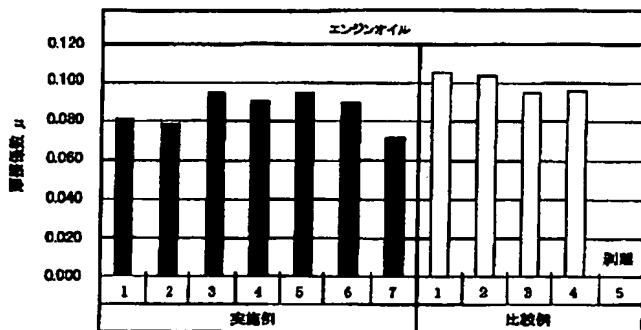
【図1】



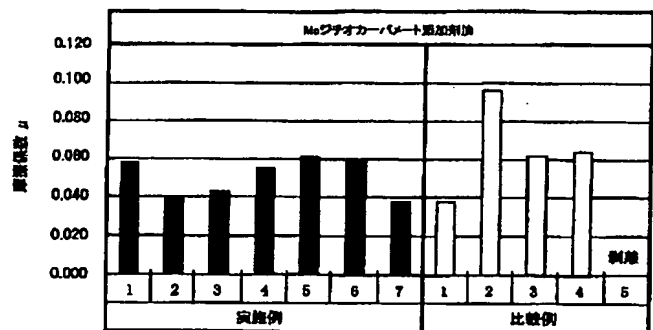
【図2】



【図3】

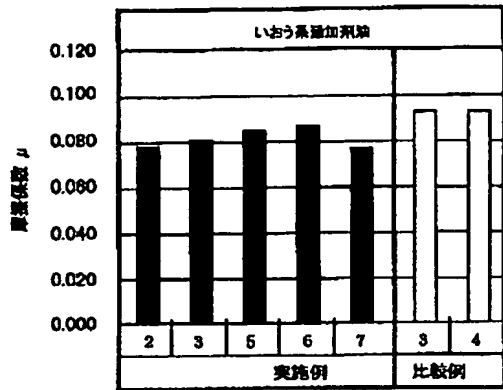


【図4】

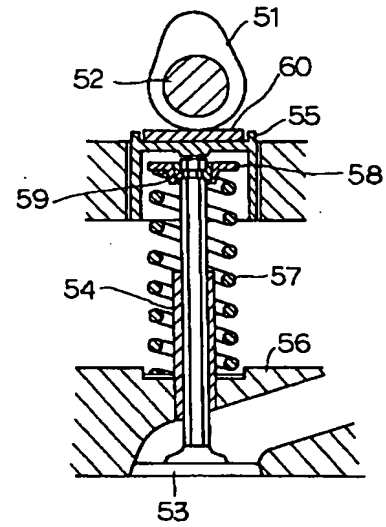




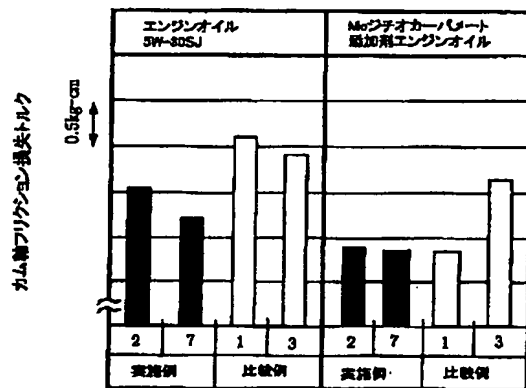
【図 5】



【図 6】



【図 7】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	ターマコード (参考)
135/20		135/20	
137/10		137/10	A
C23C 14/06		C23C 14/06	F
16/27		16/27	
F01L 1/14		F01L 1/14	B
1/20		1/20	A
F16C 33/12		F16C 33/12	A
33/24		33/24	Z
// C10N 10:04		C10N 10:04	
10:06		10:06	
10:08		10:08	
10:10		10:10	
10:12		10:12	

10:14  
10:16  
30:06  
40:02  
40:04  
40:25

10:14  
10:16  
30:06  
40:02  
40:04  
40:25

(72)発明者 馬 洵 豊

神奈川県横浜市神奈川区宝町 2 番地 日産  
自動車株式会社内

F ターム (参考) 3G016 AA06 AA19 BA47 BB04 BB05  
BB06 BB40 DA12 EA02 EA07  
EA11 EA24 FA21 GA02  
3J011 AA10 DA01 DA02 JA02 MA02  
MA22 QA03 QA04 RA03 SB01  
SB02 SB13 SB14 SE02  
4H104 AA04A AA08C BG02C BG04C  
BG10C BG12C BH07C DA02A  
EB02 FA02 FA03 FA04 FA05  
FA06 FA07 FA08 LA03 PA01  
PA03 PA41  
4K029 AA02 AA24 BA01 BA07 BA09  
BA11 BA17 BA34 BB02 BD04  
CA03 CA05 FA03  
4K030 BA27 BA28 BB12 CA02 CA17  
DA02 FA01 KA30 LA23

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☒ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**